

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 02-293657
(43)Date of publication of application : 04.12.1990

(51)Int.Cl.

G01N 27/20

(21)Application number : 01-115830

(71)Applicant : MITSUBISHI KASEI CORP

(22)Date of filing : 09.05.1989

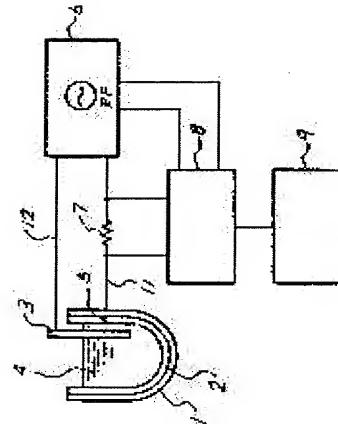
(72)Inventor : NAKAMURA TAKEHISA
ARIKAWA MINEYUKI

(54) DEVICE AND METHOD FOR DETECTING DEFECT

(57)Abstract:

PURPOSE: To detect even a microdefect with high exactness and to improve reliability by impressing a high-frequency AC of a specific frequency between an inserted electrode and a vessel body and detecting the defect of a corrosion resistant film by the current flowing through the defective part.

CONSTITUTION: A conductive liquid 4 is put into the vessel lined internally with the corrosion resistant film 2 on the surface of the vessel body 1 made of a metallic material and the bar-shaped metallic electrode 3 is inserted therein. The high-frequency AC of 1 to 1,000kHz is impressed between the electrode 3 and the vessel body 1. The current flows through the defect 5 if the film 2 has the defect 5, such as craze or crack. This current is detected by a current detecting circuit 7. The generation of gas by an electrolysis is vigorous if the voltage to be impressed is DC or $\leq 1\text{kHz}$ AC. The leak current increases and the probability of erroneous decision is high with $\geq 1,000\text{kHz}$ AC. Even the microdefect is, therefore, detected with the high exactness and the reliability is improved by using the high-frequency AC of the specific range.



LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑩ 日本国特許庁 (JP) ⑪ 特許出願公開
⑫ 公開特許公報 (A) 平2-293657

⑬ Int. Cl. 5 識別記号 庁内整理番号 ⑭ 公開 平成2年(1990)12月4日
G 01 N 27/20 A 6843-2G

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全5頁)

⑮ 発明の名称 欠陥検出装置及び検出方法

⑯ 特 願 平1-115830
⑰ 出 願 平1(1989)5月9日

⑱ 発明者 中村 武久 福岡県北九州市八幡西区大字藤田2447番地の1 三菱化成
株式会社黒崎工場内
⑲ 発明者 有川 峰幸 福岡県北九州市八幡西区大字藤田2447番地の1 三菱化成
株式会社黒崎工場内
⑳ 出願人 三菱化成株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号
㉑ 代理人 弁理士 長谷川 一 外1名

明細書

1 発明の名称

欠陥検出装置及び検出方法

2 特許請求の範囲

(1) 金属材料からなる機器の内側表面に耐食性非導電性材層を積層した金属機器の耐食性非導電性材層の欠陥を電気伝導を利用して検出する装置であって、金属材料に接続された導線1/1と金属製機器の内部の液体に浸漬された電極に接続された導線1/2とを機器外部に導通させ、導線1/1と導線1/2とに印加される電源が1～1000KHzの高周波交流であることを特徴とする欠陥検出装置。

(2) 金属材料と耐食性非導電性材層との間に耐食性導電性材層を有し、導線1/1が金属材料または耐食性導電性材層に接続されたことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の欠陥検出装置。

(3) 金属材料に耐食性非導電性材層、耐食性導電性材層、耐食性非導電性材層の順に積層し

導線1/1が金属材料または耐食性導電性材層に接続されたことを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の欠陥検出装置。

(4) 金属材料からなる機器の内側表面に耐食性非導電性材層を積層した金属製機器の耐食性非導電性材層の欠陥を電気伝導を利用して検出するに際し、耐食性非導電性材層の両面に1～1000KHzの高周波交流電源を間欠的に印加することを特徴とする欠陥検出方法。

3 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、耐食性材料をライニングした金属製機器の欠陥検出装置及び検出方法に関する。詳しくはライニング材を構成する非導電性耐食性材層が劣化して腐食性物質が金属製機器に達する前に、迅速且つ正確に劣化状態を検知できる欠陥検出装置及び方法に関するものである。

[従来の技術]

従来、金属材料の機器、例えば、塔、槽、容器等の耐食性を増すために耐食性非導電性材料

による被膜が用いられてきたが、その膜のチッピングやクラック等の欠陥の有無や損傷の度合いを判断するには開放検査や破壊検査が不可欠であった。

ところが最近になり、ガラスライニングについてはその欠陥を運転中に検出する装置が発明市販化されている（例えば、神鋼ファウドラー社製；商品名「メゾンデーP」）。又、当出願人は、非導電性材料被膜の欠陥・損傷を母材たる金属材料に欠陥・損傷が達する前にそれを検知する装置・システムを発明し、既に出願済みである（特願昭63-237940、同63-289621）。これらの装置は運転中もしくは停止中に機器を非開放・非破壊状態にて欠陥を検出できるところに特徴があった。

〔発明が解決しようとする課題〕

しかしながら上記装置においても実際に長期連続で使用する際には以下のような問題点があった。第1に検知できる欠陥として幅が1mm以上、長さ1cm以上のクラック等の欠陥は検出が

即ち、欠陥の検出のため導電性の内容液中に電流を流すために内に挿入した電極表面及び欠陥の導電性材料部表面、例えば金属母材表面に電気分解によるガスが発生する。特に欠陥内のガスは排出しにくく、測定を継続するとガスが次第に欠陥に充満し、遂には液通がなくなり、電気的に絶縁されて検出不能に陥ることがわかった。この電気分解によるガス発生は、交流電圧印加でも生じるが特に直流電圧を印加した場合、顕著となる。又、ガス発生により測定不能に至る迄の時間は、印加電圧が高い程速いとともに欠陥が小さい程速いことがわかった。

又、上記発生ガス及び欠陥内に機器使用開始以前より内包していた空気等のガスの存在により、通電を可能とする導電性の内容液の欠陥内での断面積が狭められ、電流が流れにくくなっていること、又、このガス等の影響により、この欠陥は等価電気回路は抵抗成分と並列に静電容量成分が存在することがわかった。しかも上記の効果は、欠陥が小さい程顕著となることも

容易であるが、微小なピンホール、特に1mm以下の径を持つピンホール等の微小面積を有する欠陥は検出し難い、もしくは検出不可能であること。第2に欠陥を検出しながら長期にわたり測定を継続しておれば、その欠陥の有無が再び検出できない状態になること、特にこれは欠陥が小さいほど可能性が大きいという問題点がある。

尚、上記の装置は導電性の内容液体中に電極を入れ、母材の金属又は被膜中の導電部間に電圧を印加し、欠陥が発生すればその欠陥中に導電性液体が入り、上記の両者間に電流が流れることを利用しているが、この印加電圧としては直流電圧が用いられている。又、電源の使用の容易さより一般交流周波数を用いることも考えられる。

〔課題を解決するための手段〕

上記問題点を解決するために本発明者らは鋭意検討した結果、その原因を把握し、本発明を完成するに至った。

わかった。

以上のような状況に基づき本発明の検出装置について図面を参照しながら説明する。第1図はその全体図である。対象とする機器は金属等の導電性材料からなる缶体1に対し、その接液する内面に非導電性材料からなる耐食性層2を内張りしたものである。耐食性層2は非導電性材料と導電性材料からなる3層以上の複層構造でもよい。これに対して電気的に機器と絶縁された状態で、かつ後述の導電性内容液に接する状態で金属電極3を挿入する。電極3は内容液に浸漬していれば耐食性非導電性層表面にとりつけてよい。金属電極3の材質は導電性と耐食性を有する材料で白金、チタン等の金属が一般的であるが、この条件を満たす材料であればよい。サイズは、機械的強度、機器のサイズによって決定されるが、1mm以上好ましくは5mm以上の径を有する棒状電極が好適に使用される。

この機器は運転中導電性を有する液体4とし

て、硫酸、塩酸等の酸、苛性ソーダ等のアルカリその他の導電性液体もしくはその水溶液が入っている。内容液が導電性を有しない液体の場合、運転中の検出は不可だが定期的に停止して導電性の液体を入れることにより検出ができる。又、通常の運転に使用している内容液が導電性を有する場合でも検出の確度を向上するためには液抵抗の低い液を定期的な停止中に投入して検出することができる。その際の液として液抵抗が低い30%硫酸水溶液が推奨される。又、予想される欠陥が小さい場合は欠陥への液の侵入が容易なアルコール系の液体が推奨される。

次に導電性液体 α に挿入した電極 β と、缶体 γ もしくは耐食性層中の導電性層との間に導線 δ 、 ϵ を通して電圧を印加する。被膜 ζ の非導電性耐食層にひび、われ等の欠陥 ζ が生じると、電極 β →導電性液体 α →欠陥 ζ 中の導電性液体→缶体 γ もしくは耐食性層中の導電性層の順で電流経路ができる。電流が流れる。これを電流検出用抵抗 η にて電圧に変換する等の電流

これより耐雑音性を考慮し、印加する周波数の上限は1000KHz、好ましくは100KHzである。

次に印加する電圧であるが、内容液 α の電気分解の形態によって変わるが、0.1V以下等の電気分解開始電圧以下であれば電気分解が生じず前述の問題も解決されるが、低印加電圧では流れる電流が小さいため、耐雑音性がかなり低下する。この点及び安全上の点より印加する電圧は10V～0.1V、好ましくは5～1Vが望ましい。

印加の方法として、電気分解の影響を小さくするために連続的に印加せず定期に又は不定期に間欠測定とすると好ましい。防食の速度より1日1回～1週1回の頻度で行ない、測定系の安定も考え、1回の印加時間は10分以内とする。この頻度・印加時間は内容液、測定機器の状況等によって選定される。

次に印加した電圧及び流れる電流から測定・演算回路 δ で交流インピーダンスを測定・計算

検出回路により欠陥検出するものである。

ここで印加する電圧は直流では前述のように電気分解によるガス発生の影響が著しい。又、交流でも印加するのは1KHz～1000KHz、好ましくは10KHz～100KHzを用いる。この理由は1KHz以下の交流では上記の電気分解の進行が著しくガス発生が激しく抵抗値の上昇が速いことが実験等で認められている。又、欠陥内に存在するガス等の静電容量分により、周波数が高い程、流れる電流は大きくなり耐雑音性の良好な測定が可能となることが確認されている。

一方、1000KHz以上の周波数を用いると、欠陥でない非導電性材料の誘電電流、表面波による漏れ電流が顕著となり、非欠陥でも流れる電流が大きくなり、欠陥発生で流れる電流に比して無視できなくなるので雑音性が大きい。

欠陥として、10mm²の径のピンホール以上のものを考えれば、その発生によって流れる電流から測定できる欠陥の交流インピーダンスは500KΩ以下と実験より得られているので、

する。これは電流・電圧の振幅と位相差を測定する装置及びこれよりインピーダンスを計算する回路の組合せ他がある。又、一般の高抵抗用交流抵抗計、自動交流ブリッジでもよい。また回路 δ で交流インピーダンスより静電容量を算出、液浸透の影響検出、浮遊容量・リーク電流による誤差の補正等を行ってもよい。回路 δ で算出された測定値は、判断回路 η に送られ長期蓄積されるとともに過去の値との比較により、欠陥の発生/検出の判断をし、警報等により運転員に告知する。比較の方法としては、差動アンプ等から成るアナログ回路にて処理する方法も考えられるが、コンピューター内でソフトウェア的に処理する方法が簡便である。

〔作用〕

以下に第2図の装置に基づいて具体的に説明する。図中1は容量約1lの金属製缶体、2はポリ塩化ビニルから成る耐食性非導電性材層(厚さ0.5mm)、4は30%硫酸、3はPt電極(1mm²)、6はインピーダンスアナライザ

を各々示す。この耐食性非導電性材層 2 で示されるような $0.2 \text{ mm} \varnothing$ 以上のピンホールを 4 種、 $0.2 \text{ mm} \times 1 \text{ cm}$ 以上のクラックを 4 種をつけて周波数とアドミッタンスの変化を測定した。 $0.4 \text{ mm} \varnothing$ のピンホールでの例を第 3 図に示す。周波数 10^8 Hz 以下の測定点で、下向きの矢印はアドミッタンスは一時上がるが速やかに低下（抵抗が上昇）することを表し、上下の矢印は振れが激しく、アドミッタンスが速やかに低下することを表す。

また、 10^8 Hz 以上では無欠陥の機器（×印）で、アドミッタンスが急激に上昇することを表している。

これらの場合、いずれも欠陥を検出することは困難である。

〔発明の効果〕

本発明装置によると $1 \text{ KHz} \sim 1000 \text{ KHz}$ の高周波交流を間欠的に挿入電極と缶体もしくは耐食性被膜中の導電層に印加し、欠陥を通して流れれる電流により、保護被膜の欠陥を検出するこ

とにより、検出できる状態をより長期にかつ安定にすることができる、又、より微小な欠陥も確度高く検出することが可能になった。これにより検出装置の信頼性が向上するとともに、缶体の損傷をより早く予測でき、被膜交換の時期を開放・破壊することなく推定することが可能になった。

4 図面の簡単な説明

第 1 図は本発明方法を実施するための装置の一例を示す模式図である。

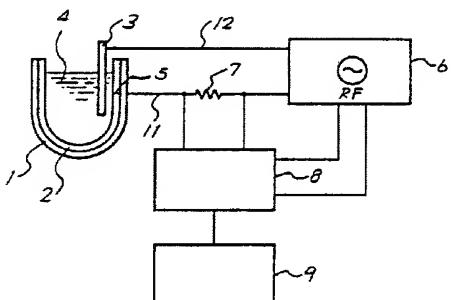
1：金属製缶体 2：耐食性非導電性材層
3：電極 4：導電性内容液 5：欠陥
6：高周波発振器 7：電流検出回路 8：交流インピーダンス測定・演算回路 9：判断回路 11：導線 12：導線

また、第 2 図はテスト装置、第 3 図はテストデータの一例を示す。

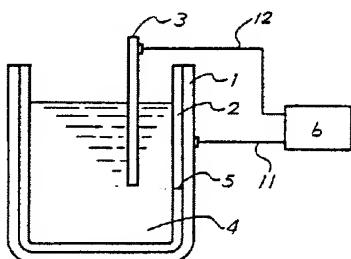
出願人 三菱化成株式会社

代理人 弁理士 長谷川 一
ほか 1 名

第 1 図



第 2 図



第3図

